

【0006】**【問題を解決するための手袋】**本手袋は、多頭頭脚半球性分離用カラムを用いて導かれた下式(1)で定められるTS係数が0.25から1.0の範囲であることを特徴とする液体クロマトグラフィー用光学異性体選択用カラム管に導いた液体クロマトグラムを提供するものである。
[0008]

T.S.保険 = $\frac{[V_c - t(TS) - (blank)] \times FR}{[V_c - t(TS) - (blank)] \times FR + t(TS) \times FR}$ (1)

式中、 V_c (cm³) : カラム保険
 $t(TS)$: 試験時間
 $t(blank)$: 試験時間の初期時間
 FR : フラクションレート
 $FR = \frac{V_c}{V_c - t(TS) - (blank)}$

する化合物であればわかるものでもよく、これらの組合物で分析する場合に、ヘドロ混合物を用いること。

10 防炎剤、防腐剤、芳香剤、アロマチック化合物を用いて特にできる。本実験に用いられる多種防炎剤として特に好ましいのは、1-グリコースコニットあたり0.1%以上とのレクタン組合(又はエチル)結合を含む多糖のカルバメート防炎剤である。

【0014】本実験の多種防炎剤は、粗体

【0015】本実験の多種防炎剤は、粗体

用でない抗真菌剤との混和物を賣る。
〔0115〕本邦明に用いられる相目としては、多孔質有機樹脂体が挙げられ、好ましくは多孔質樹脂体として適当なものは、多孔質無機樹脂体として適当なものは、シリカ、アルミニウム、ボリクリアリアミド、ボリスチレン、ポリアクリルアミド、ポリアクリレート等からなる高分子物質であり、多孔質無機樹脂体として適当なものは、シリカ、アルミニナ、マグネシア、ガラス等である。これらの中では、高純度の多孔物質を容易に入手できる。

係数を算出する。この処理の際に用いられる分析法は HPLC 法であり、使用される検出器としては T S の HPLC 法であるが、検出器が電離能検出器などの R I 検出器、UV 検出器などがあるが、特に UV 検出器を用い波長 210 nm で検出するこ

【0017】分析条件としては測定条件、ならびに破水性条件を主たる構成要素とする移動用条件による実施する。具体的には1ヘルキサン+2ブロバノール=9/1(v/v)の混合物である。また分析温度は室温(25℃)であり、分析はカラム(体積1cm³)の4分1~9分の1、特に4.15分の1、ならびに(4×1.5)分の1で行なわれる。精度ではS.D.が1.0%以内である。試料は1.5gを0.05mlのエタノールで溶解させた。試験用に1.5gを0.05mlのエタノールで溶解させた。

S格倍をカラム体積の300分の1～600分の1の体積、特に41分の1の体積、すなわち $(Vc \times (1/415))$ で計算することができます。
【例】1.8 T S格倍においては、上記のようにして算出された T S格倍が 2.5 から 1.0 の範囲であることから必要であり、この範囲をはすればと良好な分離性能を得ることができない。

【実施例】以下、本実用新案権によつて詳細に説明す
るが、本実用新案はこれら実施例に限定されるものではな
い。各部分の構成は、図1に示すとおりである。

【0022】実施例1
 TS係数 = 0.527 のアミロース リス (3.5-ジメチルフェニルカルバメート) 相持光学異性体分離用光導則の作製方法

キシジランと反応させることによりアミノプロピルシラシン処理 (APS処理) を施した。得られたAPS処理シリカゲルを3, 5-ジメチルフェニルシリカネットと反応することで、カシラモイル表面処理が施されたシリカゲル^{2,3} ② アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) の合成分離基質気相下、アミロ

「一スル 10 ル は 乾燥ビリシント 36 時間、3、5-ジ-ジメチルエニルイソシアニート 8.2、2.8 (3.当量) ビリシント原液浓度下、6.0 時間加熱乾燥を行った後、メタノール 6、0 L に注ぎ込んだ。析出した固ははグラスフィルターで濾取し、メタノールで数回の洗浄後、真空

乾燥（80℃、5時間）を行った。その結果、若干黄色がかった白色固体は3.5 g (9.5%) が得られた。
④アミロース トリス (3.5-ジメチルフェニルカルバメート) のシリカゲルへの粗封上部で得たアミロース トリス (3.5-ジメチルフェニルカルバメート) 1.0 g を酢酸エチルに溶かし、このボリマー-ドープをシリカゲルに吸着させ、このボリマー-ドープを酢酸エチルに溶かす。蒸発後、酢酸エチルを5.0℃、4.0 g に蒸発した。蒸発後、酢酸エチルを5.0℃、

1.2 Torr の条件で 2 分間の加圧乾燥を行い、さらに
残り半量を回板に均一な分布、先と同じ条件 (5.0 °C,
1.2 Torr) で 2 分間の加圧乾燥を行うことで、目的
のアミロース・トライス (3.5-ジメチルフェニルカル
バメート) 相発型光顕剤を得た。

光導管の作製方法

① シリカゲル表面処理
被覆剤の(1)と同じく、多孔質シリカゲル(粒径20μm、平均細孔径1300Å)にカルバメイル表面処理を施した。

② アミローストリス(3.5-ジメチルエニルカルバメート)の合成

英語版の(3)と同様の仕組みにより、ノミローブ・ド・シリルエニカルカルバメート)を作製した。

のシリカゲル 9.7. 5 g に差した。塗布後、酢酸エチルを 5.0 °C., 1.20 torr の条件で 1.5 分間の減圧乾燥を行い、さらに 1/4 時を同様に一塗布後、先と同じ条件 (5.0 °C., 1.20 torr) で 1.5 分間の減圧乾燥を行った。3 回塗り 1/4 時を塗布後、条件 (5.0 °C., 1.20 torr) で 4.5 分間の減圧乾燥し、最後に残り 1/4 時を塗布後、同条件 (5.0 °C., 1.20 torr) で 4.5

10

100291 ④ 作製した試料からの HPLC 用光導カラム作製

100301 試験結果 3

④ 作製したアミロース、トリス（3, 5-ジメチルエニルカルバメート）をシリカゲル上に粗粒した分離剤を充填剤として用い、長さ 2.5 cm、内径 0.46 cm のスリーブレスカラムに充填して用いた。充填剤を充填する際、光学異性体分離用

100291 ④ 作製した試料からの HPLC 用光導カラム作製

100301 試験結果 3

④ 作製したアミロース、トリス（3, 5-ジメチルエニルカルバメート）粗粒充填剤を充填剤として用い、長さ 2.5 cm、内径 0.46 cm のスリーブレスカラムに充填して用いた。充填剤を充填する際、光学異性体分離用

を充填剤として用い、長さ 2.5 cm、内径 0.46 cm のステンレス製カラムにスライサー充填法で充填し、光学異性体用分離カラムを作製した。

【0.04.2】比較例 1
T.S.係数 = 1.05.0 のアミロース トリス (3.5-ジメチルフェニルカルバメート) 1.25. 0.8 が酢酸エチル 1.25. 0.8 に溶解させ、このポリマーードの全量を均一に①シリカゲル 2.37.5. 0.8 に塗布した。塗布後、酢酸エチルを 5.0 °C. 1.20 Torr の条件で 0.5 分間の減圧乾燥を行うことで、目的のアミローストリス (3.5-ジメチルフェニルカルバメート) 携帯型充填剤を得た。

【0.04.3】②アミロース トリス (3.5-ジメチルフェニルカルバメート) の合成
東東施例の②の同様の手法により、アミロース トリス (3.5-ジメチルフェニルカルバメート) 10 g を作製したアミロース トリス (3.5-ジメチルフェニルカルバメート) の全成

[0037] ⑥ 作製充填剤からのHPLC用充填柱が作製された。

[0038] 実施例5
T.S.K. 比率 = 0.379 のアミロース、トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) および光触光性分子分離柱を用いて充填剤として用いた。充填剤の作成方法は、① シリカゲルを表面処理剤 (10 wt% 2-0 ベンゼン溶液) の①と同様に、多孔質シリカゲル (粒径 2.0 μ m、平均孔径 1300 Å) にカルボキシル基表面処理を施した。

[0039] ③ アミロース、トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) の合成
[0031] ③ の合成例において、アミロース、トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) の合成例を示す。実施例 1 の③と同様の手順により、アミロース、トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) を作製した。

[0040] ③ アミロース、トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) のシリカゲルへの用

【0037】④ 作製充填剤からのHPLC用充填カラム作製

③で作製したアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) をシリカゲルへの組合エニルカルバメート) にて、アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) の合成 (0031) ② アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) の合成 (0031) ③で同様の手法により、アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) を作製した。

【0038】実験例5

TS係数=0.379のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 相対光学異性体分離用充填剤の作製方法

① シリカゲル表面処理

実施例1の①と同じく、多孔質シリカゲル (粒径 2.0 μm、平均孔径 1.300 Å) にカルボキシル基面処理を行った。

② 上記②で得たアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 1.2 g を酢酸エチル 1.8 g に溶解させ、このポリマーードープの1/4量を均一にシリカゲル 3.75 g に塗布した。塗布後、酢酸エチルを50°C、1.20Torrの条件下で15分間の減圧乾燥を行った。引掛けポリマーードープの1/4量を同時に塗布後、酢酸エチルを同条件下で30分間の減圧乾燥を行った。さらに、ポリマーードープの1/4量を回繰りに塗布後、酢酸エチルを同条件下で30分間の減圧乾燥を行い、残り1/4量のポリマーードープを回繰りに塗布後、酢酸エチルを回繰りにて60分間の減圧乾燥を行った。

【0039】⑤ アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) のシリカゲルへの組合

③で作製したアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) をシリカゲル上に組合した分離剤にて充填して、長さ 2.5 cm、内径 0.46 cm のHPLC用充填カラムにスライリー充填剤で充填し、光学異性体分離カラムを作製した。

【0040】実験例5

TS係数=0.379のアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 相対光学異性体分離用充填剤の作製方法

① シリカゲル表面処理

実施例1の①と同じく、多孔質シリカゲル (粒径 2.0 μm、平均孔径 1.300 Å) にカルボキシル基面処理を行った。

① てやることで、目的のアミロース トリス (3, 5-ジメチルチルフェニルカルバメート) 植物型抗凝剤を得た。

〔0033〕 ① 作製抗凝剤からの HPLC 用光吸收カラム作製

② て作製したアミロース トリス (3, 5-ジメチルチルフェニルカルバメート) をシリカゲル上に担した分離剤にて抗凝剤として用い、長さ 2.5 cm、内径 0.46 cm のスリーブレスカラムにスリリーが好適で充填し、光学異性体用分離カラムを作製した。

〔0034〕 実験例 4

③ 6.9 g のアミロース トリス (3, 5-ジメチルチルフェニルカルバメート) と HPLC 用光吸收カラム用抗凝剤の作製方法

④ シリカゲル表面処理

〔0039〕 ② アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) の合成

東洋例の②と同様の手法により、アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) を作製した。

〔0040〕 ③ アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) のシリカゲルへの担持

上記③で得たアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 2.7.0 g を精製エチル 2.7.0 g の溶媒に加え、このシリマードープの 1/2 量を与一に攪拌溶解した。塗布後 0.8 cm の塗布面を乾燥

40 チルを 50°C. 1.2 Torr の条件下 1.5 分間の烘乾を行なった。引続きシリマードープの 1/2 量を同様に行な後、精製エチルを同条件下にて 1.5 分間の減圧乾燥、

トリス(3,5-ジメチルフェニルカルバメート)の合成
実験室例①と同様の手法により、アミローストリス
(3,5-ジメチルフェニルカルバメート)を作製し
た。

を充填剤として用い、長さ 2.5 cm、内径 0.46 cm² のステンレス製カラムにスライサー充填法で充填し、光学異性体用分離カラムを作製した。

【0.04.2】比較例 1
TSP 係留率：1.00% のアミロース、トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 相対光学異性体分離用充填剤の作製方法

① シリカゲル表面処理
蒸氣阱の①と同じく、多孔シリカゲル (粒径 20 μ m, 平均孔径 1300 Å) にカルボメイト表面処理を施した。

【0.04.3】② アミロース、トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) の合成
東東施例の②と同じ様の手法により、アミロース、トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) の合成を行った。

【0.04.8】③ アミロース、トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) のシリカゲルへの担持
上記②で得したアミロース、トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 1.25 g を担持エチル 1.25 ml に溶解させ、このポリマードープの全量を均一に①のシリカゲル 2.375 g, 0.8 g に塗布した。塗布後、酢酸エチルを 5.0 °C, 1.20 torr の条件で 10~5 分間の減圧乾燥を行って、目的のアミローストリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) の配製が実現した。

【0.04.9】④ 作製充填剤からのHPLC充充填カラム作製
③で作製したアミロース、トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) の合成

[0037] ⑥ 作製充填剤からのHPLC用充填柱が作製された。

[0038] 実施例5
T.S.K. 比率 = 0.379 のアミロース、トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) および光触光性分子分離柱を用いて充填剤として用いた。充填剤の作成方法は、① シリカゲルを表面処理剤 (10 wt% 2-0 ベンゼン溶液) の①と同様に、多孔質シリカゲル (粒径 2.0 μ m、平均孔径 1300 Å) にカルボキシル基表面処理を施した。

[0039] ③ アミロース、トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) の合成
[0031] ③ の合成例において、アミロース、トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) の合成例を示す。実施例 1 の③と同様の手順により、アミロース、トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) を作製した。

[0040] ③ アミロース、トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) のシリカゲルへの用法
[0032] ③ で得たアミロース、トリス (3, 5-ジメチルカルバメート) 1.25 g を酸化アルミニウム (アセチルカルバメート) 1.25 g と反応させ、このポリマー一端の金屬を均一に①のアセチルカルバメートで保護した。塩析、酢酸エチル/水 (1:1) に充填した。

① てやることで、目的のアミロース トリス (3, 5-ジメチルチルフェニルカルバメート) 植物型抗凝剤を得た。

〔00331〕 ① 作製抗凝剤からの HPLC 用光吸收カラム作製

② て作製したアミロース トリス (3, 5-ジメチルチルフェニルカルバメート) をシリカゲル上に担した分離剤にて抗凝剤として用い、長さ 2.5 cm、内径 0.46 cm のスリーブレスカラムにスリリーが好適で充填し、光学異性体用分離カラムを作製した。

〔0034〕 実験例 4

③ 6.9 g のアミロース トリス (3, 5-ジメチルチルフェニルカルバメート) と HPLC 用光吸收カラム用抗凝剤の作製方法

④ シリカゲル表面処理

〔00391〕 ② アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) の合成

東洋例の②と同様の手法により、アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) を作製した。

〔0040〕 ③ アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) のシリカゲルへの担持

上記③で得たアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 2.7.0 g を精製エチル 2.7.0 g の溶媒に加え、このシリマードープの 1/2 量を与一に攪拌溶解した。塗布後、1.5 分間の烘乾乾燥を 5.0 °C、1.2 Torr の条件下 1.5 分間の烘乾乾燥を行った。引続きシリマードープの 1/2 量を同様に行後、精製エチルを同条件下で 1.5 分間の減圧乾燥、

【0039】② アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) の合成
実施例1の②と同様の手法により、アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) を作製した。

【0039】③ アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) をシリカゲル上に粗粒状に充填して用い、長さ 2.5 cm、内径 0.46 cm のステンレス製カラムにスリリー充填法で充填し、光学異性体用分離カラムを作製した。

【0039】④ 作製充填剤から HPLC 用光輝カラムに充填して用いたアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) をシリカゲル上に粗粒状に充填して用い、長さ 2.5 cm、内径 0.46 cm のステンレス製カラムにスリリー充填法で充填し、光学異性体用分離カラムを作製した。

【0040】③ アミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) のシリカゲルへの粗粒化で得たアミロース トリス (3, 5-ジメチルフェニルカルバメート) 2.7.0 g を酢酸エチル 2.70 g に溶解させ、このポリマードープの 1/2 段を与て①のシリカゲル 1.0 g に充填した。塗装後、酢酸エチルを 50 °C、1.20 Torr の条件下で 1.5 分间の減圧乾燥を行った。引続きポリマードープの 1/2 段を粗粒に塗装後、酢酸エチルを同条件下で 1.5 分间の減圧乾燥、目視評定により、各光学活性体の分離の程度を示す指標 TSS 数 = [4.15 - (t_{TS} - 0.16)] × 1.0] / [t_{TS} - 0.16] × 1.0 により、各光学活性体の分離の程度を示す指標 TSS 数 = 1.5 と比較例 1 ~ 2 において作製したカラム用充填剤の作製方法

実施例1の①と同じく、多孔質シリカゲル (粒径 2.0 μ m) 1.0 g にシリカゲル表面処理剤

① シリカゲル表面処理剤

実施例1の①と同じく、多孔質シリカゲル (粒径 2.0 μ m) 1.0 g にシリカゲル表面処理剤

① シリカゲル表面処理剤

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.